



30 Innere Priorität: 32 33 31  
15.06.88 DE 38 20 439.8

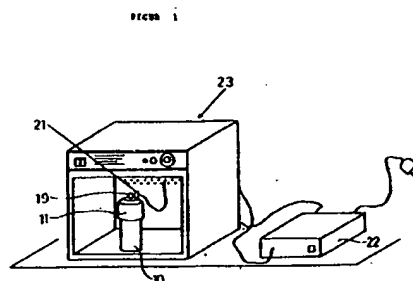
71 Anmelder:  
Anton Paar KG, Graz, AT

74 Vertreter:  
Kinzebach, W., Dipl.-Chem. Dr.phil.; Riedl, P.,  
Dipl.-Chem.Dr.rer.nat., Pat.-Anwälte, 8000 München

72 Erfinder:  
Schalk, Andreas, Ing.; Kettisch, Peter, Graz, AT

54 Vorrichtung zum Säureaufschluß einer Substanz für die Elementaranalyse unter kontrolliertem Druck im Mikrowellenfeld

Die Erfindung betrifft eine aus einem Außenbehälter und einem Innenbehälter bestehende Vorrichtung zum Säureaufschluß für die Elementaranalyse, wobei ein in einem Aufschlußgefäß vertikal beweglich geführter Deckel auf einen Stempel mit einem nach oben gerichteten, durch eine zentrale Durchgangsbohrung der Kappe geführten Stift wirkt. Insbesondere um sicher und zuverlässig kontrollieren zu können, ob der Innendruck im Aufschlußgerät zulässige Grenzwerte nicht übersteigt, wird vorgeschlagen, die Lage des Stiftes 19 von einem mikrowellenindifferenten Meßwertaufnehmer zu erfassen und in einem Regelkreis als Stellglied für die Mikrowellenheizung des Mikrowellenofens zu verwenden. Vorzugsweise soll der Meßwertaufnehmer mechanisch, nämlich über einen Hebel, hydraulisch, pneumatisch oder optisch arbeiten.



## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Säureaufschluß einer Substanz für die Elementaranalyse unter kontrolliertem Druck in einem durch einen Mikrowellenofen erzeugten Mikrowellenfeld, bestehend aus einem druckfesten Außenbehälter mit einem topfartigen Mantelgefäß und einer Kappe, die miteinander über eine Außen/Innen-Eingriffsverbindung lösbar verbunden sind und einem Innenbehälter mit einer Öffnung und einem Deckel hierfür, der an seiner der Öffnung zugewandten Seite einen in die Öffnung passenden Zylinderansatz aufweist, der eine in einer Ringnut gelagerte Dichtung hat, die den Deckel gegen den Innenbehälter abdichtet, wobei auf der Deckeloberseite ein Stempel mit einem nach oben gerichteten, durch eine zentrale Durchgangsbohrung der Kappe geführten Stift ruht, zwischen der Innen-Stirnfläche der Kappe und der Stempeloberseite eine ringförmige Elastomer-Feder angeordnet ist und alle Teile aus mikrowellentransparentem Material bestehen.

Unter der Elementaranalyse wird ein Verfahren zur Ermittlung der Bruttoformel von organischen Verbindungen verstanden. Ein Verfahren zur Elementaranalyse ist der sogen. Säureaufschluß, bei dem die zu analysierende Substanz mit Hilfe einer oder mehrerer Säuren völlig abgebaut bzw. aufgeschlossen wird, so daß die im Aufbau der Substanz beteiligten Elemente am Ende des Abbaus als kleinste, elementspezifische Moleküle oder Ionen vorliegen. Diese können dann qualitativ oder quantitativ bestimmt werden.

Bei der Verwendung starker Säuren als Aufschlußreagentien ist man im wesentlichen beschränkt auf Bomben-Gefäße aus Platin, Quarz und Teflon. Diese Gefäße sind jedoch sehr kostspielig, halten keine größeren Innendrucke aus oder sind bei höheren Temperaturen nicht formbeständig. Daher ist man dazu übergegangen, zusätzlich ein druck- und temperaturbeständiges Mantelgefäß zu verwenden. Beim Erhitzen der Bomben-Gefäße von außen ergeben sich jedoch Wärmeübergangsprobleme und die verschiedenen Ausdehnungskoeffizienten von Mantel- und Einsatzgefäß bereiten Schwierigkeiten.

Zur Beseitigung dieser Nachteile kann man die zum Aufschluß erforderliche Wärmeenergie im Inneren des Aufschlußgefäßes mittels eines Mikrowellenofens erzeugen. Hierzu ist es erforderlich, Aufschlußgefäße aus mikrowellenindifferentem bzw. -transparentem Material zu verwenden; jedenfalls sind Metalle als Gefäßmaterial ungeeignet.

Allerdings schafft die Mikrowellenenergieeinbringung in ein Aufschlußgerät neue Probleme. So können bei der Mikrowellenheizung die Temperatur und der Druck im Aufschlußgefäßinnenraum nicht ohne weiteres überwacht werden.

Die für die Aufschlußgefäße zulässigen oberen Temperaturwerte sind aufgrund der verwendeten Gefäßmaterialien jedoch mit ca. 300°C inzwischen so hoch, daß ein Überschreiten dieses Grenzwertes weitgehend ausgeschlossen werden kann. Anders liegt es hingegen bei der erforderlichen Drucküberwachung.

Bei einer bekannten Vorrichtung der eingangs beschriebenen Art hat man versucht, den Innendruck mit einem ein wenig verschiebbaren Deckel zu kontrollieren.

Als Dichtung zwischen dem in die Öffnung des Innenbehälters ragenden Zylinderansatz des Deckels und der Behälterwand wird nach dem Stand der Technik ein

O-Ring verwendet. Diese Dichtung kann jedoch ihre Funktion bei relativ hohen Drücken oder geringen Gefäßdeformationen nicht hinreichend erfüllen. Die dadurch entstehende Undichtigkeit kann zu einem erheblichen Verlust an Probensubstanz führen.

Bei der bekannten Vorrichtung ist die Elastomer-Feder ziemlich flach, der Federweg und damit auch der Arbeitsweg des Deckels des Aufschlußgefäßes daher kurz und der kontrollierbare Druckbereich somit ebenfalls klein. Maßnahmen zur kontrollierten Druckentlastung im Grenzbereich sind dort nicht vorgesehen.

Wenn die untere Kante des Zylinderansatzes des Deckels den oberen Rand des Innenbehälters erreicht, kann es daher zu einem explosionsartigen Entweichen der im Aufschlußgerät befindlichen Gase kommen. Dies führt im Extremfall nicht nur zu einem völligen Zerstören der Dichtung, sondern auch zu Gefäßdeformationen.

Die visuelle Beobachtung des durch die zentrale Durchgangsbohrung der Kappe geführten Stiftes bzw. von dessen Bewegung ist jedenfalls viel zu ungenau, als daß rechtzeitig Maßnahmen getroffen werden könnten, um ein Öffnen des Innengefäßes durch Hochdrücken des Deckels vor Beendigung der Aufschlußreaktion zu verhindern.

Bei der bekannten Vorrichtung hat es sich auch als nachteilig erwiesen, daß die Kappe des Außenbehälters radiale Bohrungen aufweist. Beim Öffnen (Aufschrauben) eines unter Druck stehenden Aufschlußgefäßes entweichen aggressive Dämpfe seitlich und gefährden den Benutzer der Vorrichtung.

Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung der eingangs geschilderten Art so zu gestalten, daß der Druck bei der Aufschlußreaktion im Mikrowellenfeld ohne Beeinflussung durch das Mikrowellenfeld gemessen und kontrolliert werden kann, so daß die Vorrichtung trotz der Ermöglichung höherer Reaktionsdrücke sicherer ist. Außerdem soll die Dichtigkeit des Aufschlußgefäßes erhöht und die Handhabung der Vorrichtung verbessert werden, damit eine Gefährdung der Bedienungsperson durch austretende Gase weitgehend vermieden wird. Schließlich soll die erfindungsgemäße Vorrichtung gegen Deformationen weitgehend geschützt sein.

Diese Aufgabe wird bei einer Vorrichtung der eingangs beschriebenen Art dadurch gelöst, daß ein mikrowellentransparenter Meßwertaufnehmer einerseits mit einem aus der Kappe des Mantelgefäßes herausragenden Ende des Stiftes in Wirkverbindung steht bzw. lösbar damit verbunden ist und andererseits mit einem außerhalb des Mikrowellenofens angeordneten Druckanzeigergerät oder Steuergerät für die Mikrowellenheizung verbunden ist. Die Lage des Stiftes wird hier also von einem Meßwertaufnehmer erfaßt und in einem Regelkreis als Stellglied für die Mikrowellenheizung des Mikrowellenofens verwendet. Durch diese Maßnahme wird vorteilhafterweise Mikrowellenenergie nur in dem Maße dem eigentlichen Aufschlußgefäß zugeführt, wie es für die Aufschlußreaktion erforderlich ist und es wird rechtzeitig verhindert, daß ein unkontrollierte Reaktionen auslösender Überdruck aufgebaut wird.

Die auf dem Markt verfügbaren Meßwertaufnehmer sind in der Regel nicht verwendbar, da sie Metallteile, Metallkabel etc. enthalten und daher nicht mikrowellenindifferent sind. Erfindungsgemäß hingegen werden mikrowellenindifferente vorzugsweise über einen Hebel hydraulisch oder pneumatisch, d. h. jeweils berührend arbeitende oder optisch (berührungslos) arbeitende

Meßwertaufnehmer verwendet.

Im einfachsten Falle greift der Stift des Stempels auf dem Deckel des Innengefäßes außerhalb des Außenbehälters an einem Ende eines zweiarmigen Hebels an, dessen anderes Ende mittelbar einen Schalter bzw. Regler für die Mikrowellenheizung betätigt.

Insbesondere, wenn man die Regeleinrichtung für die Mikrowellenheizung außerhalb des mikrowellenbestrahlten Raumes anordnen will, empfiehlt es sich, vorzugsweise über einen federbelasteten Bowdenzug und einen Kipphebel den Schalter zu betätigen, so daß sich der erste Hebel an der Vorrichtung im Mikrowellenofen befindet und der Bowdenzug durch eine entsprechende Bohrung aus dem Mikrowellenofen herausgeführt wird. Das Ende des Bowdenzuges ist wiederum mit einem Kipphebel verbunden, der bei Betätigung auf einen Schalter drückt.

Alternativ hierzu ist auch eine hydraulische Drucküberwachung möglich. Hierzu wirkt vorzugsweise der Stift auf eine kolbenartige Schieberplatte, die in einem über dem Stifende angeordneten Zylinder unter gleichzeitiger Verringerung oder Vergrößerung des aus dem Zylinder und der Platte gebildeten, ein Hydraulikmedium aufweisenden Innenraumes verschiebbar ist. In entsprechender Weise wie oben beim Bowdenzug beschrieben, kann auch hier über eine hydraulische Leitung das Hydraulikmedium derart außerhalb des Mikrowellenofens geführt werden, daß eine Veränderung des Innenvolumens schließlich zur Betätigung einer Druckanzeige oder eines Schalters führt. Insbesondere ist die Hydraulikflüssigkeit vorzugsweise in einem Federbalg eingeschlossen, der über die genannte Hydraulikleitung mit einem weiteren Federbalg verbunden ist, über dessen freies Ende ein Schalter, zum Beispiel über einen Kipphebel, betätigbar ist. Beim pneumatisch arbeitenden Meßwertaufnehmer ist der in der Durchgangsbohrung der Kappe geführte Teil des Stiftes vorzugsweise als Schieber eines Schiebeventils ausgebildet, dessen axiale Verschiebung allein durch den Druck im Innenbehälter bewirkt wird. Er ist auf einem bestimmten axialen Niveau radial mit einem bestimmten Druck einer Druckwächtervorrichtung beaufschlagt und weist auf einem axialen Niveau unterhalb dem Niveau der radialen Druckbeaufschlagung eine nach außen führende Ablassbohrung auf, welche die pneumatische Verbindung zum Druckwächter öffnet, wenn der Schieber aufgrund des Druckes im Innenbehälter mit seiner Ablassbohrung das Niveau der Druckbeaufschlagung erreicht hat. Vorteilhaft weist die Stirnwand der Kappe mindestens eine radiale Bohrung auf, die vom Umfang der Kappe zum Schieber führt, die jeweils über eine Leitung mit einer außerhalb des Mikrowellenofens angeordneten Druckerzeugungsvorrichtung verbunden ist und die der radialen Druckbeaufschlagung des Schiebers dient.

Bei einer sehr vorteilhaften anderen Ausführungsform der pneumatischen Wegüberwachung ist in die Stirnfläche der Kappe des Mantelgefäßes eine Ringnut eingefräst. Diese umgibt die Durchgangsbohrung für den Stift des Stempels. Sie ist mit einer Ventilplatte vollständig bedeckt. Der Umfang der Ventilplatte greift so weit über den Außenumfang der Ringnut auf die Stirnfläche der Kappe, wie für eine gute Abdichtung der Ringnut erforderlich. Die Ventilplatte und/oder der unter der Ventilplatte liegende Bereich der Stirnfläche der Kappe weisen Dichtungsmittel auf, welche eine gute Abdichtung der Ringnut gewährleisten. Die Ringnut steht über eine vakuumdichte Leitung mit einem Druckwächter und einer dahinterliegenden Vakuumpumpe in

Verbindung, so daß sie von der Pumpe her unter Vakuum gesetzt werden kann. Beim Anlegen des Vakuums wird die Ventilplatte vom Druck der umgebenden Atmosphäre fest auf die Stirnfläche der Kappe und auf die "offene" Seite der Ringnut gepreßt.

Die Verbindung zwischen Ringnut und Evakuierungsleitung kann vorteilhaft durch eine Bohrung hergestellt werden, die neben der Ventilplatte oder an der Seitenwand der Kappe aus letzterer austritt.

Der Stift des Stempels ist verschiebbar und vorteilhaft zentral durch die Ventilplatte geführt und ragt aus letzterer heraus. Vorteilhaft weist er am herausragenden Ende einen Kopf auf, der ein Abfallen der Ventilplatte verhindert, wenn letztere nur lose auf der Ringnut liegt, d. h. wenn die Ringnut nicht unter Vakuum steht. Der Stift weist unter der Ventilplatte, d. h. im Inneren der Kappe einen Anschlag auf, mit dem er die Ventilplatte anhebt, wenn die Elastomfeder um den Betrag komprimiert wird, der dem gewünschten Druck im Innenbehälter entspricht. In diesem Falle, also beim Anheben der Ventilplatte, tritt Luft in die unter Vakuum stehende Ringnut ein und bewirkt einen Druckabfall. Letzterer wird vom Druckwächter erfaßt und als Signal zum Abschalten der Heizung verwendet.

Der Abstand zwischen Stift-Anschlag und Unterseite der Ventilplatte entspricht also der Länge des Teiles des Zylinderansatzes am Deckel des Innengefäßes der im Ruhezustand über die Entlastungsbohrungen in der Seitenwand des Innengefäßes hinaus in das Innengefäß hineinragt.

Der Stift kann auch einfach in einem Abstand von der Unterseite der Ventilplatte enden, der dem vorbeschriebenen Abstand zwischen Stift-Anschlag und Unterseite der Ventilplatte entspricht. In diesem Falle wird die Ventilplatte angehoben, wenn das Ende des Stiftes gegen die Ventilplatte drückt.

Neben den genannten berührend arbeitenden Meßwertaufnehmern wird nach einer Weiterbildung der Erfindung ein berührungslos arbeitender optischer Meßwertaufnehmer eingesetzt, der im einfachsten Falle aus einem optische Sender (LED) und einem Empfänger (Photodiode) besteht, die den vom Sender kommenden Lichtstrahl so lange empfängt, bis der Strahlengang durch den nach oben wandernden Stift unterbrochen wird. Das fehlende Empfangssignal löst dann ein Abschalten der Mikrowellenheizung aus.

Zur Vermeidung von Strahlungsverlusten wird die optische Strahlung vorzugsweise in einem Lichtleiter geführt. Um nur einen Leiter für den gesamten Strahlenweg benutzen zu müssen, wird der Stift mit einem Reflektor ausgestattet und vorzugsweise der Lichtleiter mit einem Strahlteiler versehen, der für das vom Sender kommende Licht transparent ist und das vom Stift reflektierte Licht zum Empfänger umleitet.

Die nach einer Weiterbildung der Erfindung verwendete Lippendichtung gewährleistet eine auch bei hohen Drücken einwandfreie Abdichtung, da sie sich bei Druckeinwirkung ausweitet und fester an die Gefäßwandung anlegt als der nach dem Stand der Technik bekannte O-Ring. Außerdem ist deren Gleitfähigkeit bei dem Innenraum des Aufschlußgefäßes vergrößernden Bewegungen des Deckels besser.

Bei einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung sind unmittelbar unterhalb des Öffnungsrandes des Innenbehälters und oberhalb des Niveaus wie die Lippendichtung des Zylinderansatzes im drucklosen Zustand an der Innenwand anliegt, mindestens zwei gleichmäßig auf dem Umfang verteilte radiale Bohrungen in der Seiten-

wand des Innenbehälters angeordnet, die mit dem Raum zwischen Kappe und Deckel in Verbindung stehen. Diese werden dann wirksam, wenn der Druck im Reaktionsgefäß so weit angestiegen ist, daß der Deckel bzw. der Zylinderansatz in Richtung der Öffnung um die Länge des Arbeitsweges der Elastomerfeder verschoben ist und mit seinen Dichtlippen die radialen Bohrungen freigibt. Auf diese Weise tritt eine frühzeitige Druckentlastung ein und eine Überlastung oder gar Explosion kann vermieden werden.

Vorzugsweise sind in der Stirnseite der Kappe in der Nähe des Umfangs, dort wo die Elastomerfeder innen nicht hinreicht, axiale Durchgangsbohrungen, die mit den vorstehend genannten radialen Bohrungen durch den Raum zwischen der Kappe des Mantelgefäßes und dem Deckel des Innenbehälters einen stirnseitigen Gasaustritt aus der Vorrichtung ermöglichen. Diese axiale Ausströmmöglichkeit schützt die Bedienungsperson und erleichtert die Handhabung der Vorrichtung, wenn sie beim Öffnen unter Druck steht.

Vorzugsweise besteht das aus dem Innenbehälter und dem Deckel gebildete Aufschlußgefäß aus Quarz, Teflon oder einem Kunststoff hoher Wärmeformbeständigkeit mit Teflon-Innenauskleidung. Die Wandungen sind so dimensioniert, daß sie den jeweils gewünschten Reaktionsdruck (bis 150 bar) aushalten. Als Kunststoff hoher Wärmeformbeständigkeit kann man z. B. ein Polyätherimid oder Polysulfon mit einer höheren Wärmeformbeständigkeit als Polytetrafluoräthylen (Teflon) verwenden. Vorteilhaft ist die Elastomerfeder im nicht komprimierten Zustand etwa 1,5–3mal, insbesondere zweimal so hoch wie der Zylinderansatz des Deckels des Innenbehälters. Sie kann z. B. aus einem Silikonkautschuk z. B. mit einer Shore-Härte von 60–80 bestehen.

Die Höhe bzw. Länge des Zylinderansatzes am Deckel des Innengefäßes sollte ungefähr der Länge des Arbeitsweges der Elastomerfeder entsprechen. Bei maximalem Druck im Innengefäß wird der wie ein verschiebbarer Kolben wirkende Deckel mit Zylinderansatz und Gleitdichtung gegen die Kraft der Elastomerfeder so weit aus dem Innenbehälter herausgetrieben, daß die radialen Entlastungsbohrungen in der Randzone des Innenbehälters frei werden und ihre Entlastungsfunktion wahrnehmen.

Der Stempel auf dem Deckel mit seinem durch die Kappe des Mantelgefäßes ragenden Stift zeigt die dem Druck im Innenbehälter proportionale Verschiebung an. Wenn dieser Stift als Ventilschieber ausgebildet ist, wie oben beschrieben, entspricht der Abstand zwischen der Ablassbohrung im Schieber und der Mündung der Druckleitung des Druckwächters im Schiebergehäuse (Ort der radialen Druckbeaufschlagung des Schiebers) einem gewünschten Bruchteil des Arbeitsweges der Elastomerfeder. Die Ablassbohrung im Schieber liegt vorteilhaft in einer Ringnut des Schiebers, eine Positionierung des Schiebers bezüglich der Mündung der Druckleitung erübrigt sich daher.

Alle Teile der erfindungsgemäßen Vorrichtung, einschließlich Meßwertaufnehmer, Übertragungsleitungen und z. B. Hydraulikflüssigkeiten, die im Mikrowellenfeld benutzt werden, bestehen aus mikrowellenindifferentem bzw. -transparentem Material, z. B. aus Kunststoffen wie perfluorierten Kunststoffen, z. B. Teflon, aus Polyamiden, Siliconen, Polyätherimiden, Polysulfonen etc. Als Hydraulikflüssigkeit kann man z. B. Siliconöl verwenden. Für druckbelastete Teile werden besonders wärmeformbeständige Kunststoffe verwendet.

Ausführungsbeispiele der Erfindung sind in den

Zeichnungen dargestellt und sollen im folgenden näher erläutert werden. Es zeigt

Fig. 1 eine schematische Darstellung eines Mikrowellenofens mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung,

Fig. 2 einen Querschnitt durch die erfindungsgemäße Vorrichtung,

Fig. 3 einen Teilquerschnitt durch die erfindungsgemäße Vorrichtung mit einem an dem Stift befestigten Hebelarm,

Fig. 4 eine Teilquerschnittsansicht mit einer hydraulischen Übertragung der Stiftlage,

Fig. 5 eine Teilansicht mit einer optischen Übertragung der Stiftlage und

Fig. 6 + 7 eine Teilansicht mit einer pneumatischen Übertragung der Stiftlage.

Wie insbesondere aus Fig. 2 zu entnehmen, besitzt die erfindungsgemäße Vorrichtung einen Außenbehälter, der aus einem topfartigen Mantelgefäß 10 und einer Kappe 11 besteht, die z. B. über einen Außen-/Innen-Eingriff 12 miteinander verbunden sind. Im vorliegenden Fall besitzt die Kappe ein Innengewinde, das in ein entsprechendes Außengewinde des Mantelgefäßes greift. In diesen Außenbehälter eingebettet ist der eigentliche Aufschlußbehälter, der aus einem zylindrischen Gefäß 13, dessen eine Stirnseite geöffnet ist, sowie einem Deckel 14 besteht. Der Deckel 14 besitzt einen in die Gefäßöffnung passenden Zylinderansatz 15. An seiner unteren Kante ist umfangsseitig eine Ringnut 16 eingelassen, in der eine Lippendichtung 17 ruht, die abdichtend am Gefäßinnenmantel 13a anliegt. Auf der Deckeloberseite 14a ruht ein in etwa durchmessergleicher Stempel 18 mit einem aufwärtsgerichteten Stift 19, der durch eine entsprechend ausgebildete zentrale Durchgangsbohrung der Kappe 11 zum Teil aus der Kappe herausragt. Zwischen der Stempeloberseite 18a und der Innenstirnfläche 11a der Kappe 11 ist eine ringförmige Elastomerfeder 20 eingelegt, die Auwärtsbewegungen des Deckels 14 bzw. des Stempels 18 entgegenwirkt.

Bei Druckerhöhung in dem Aufschlußgefäß 13, 14 wird der Deckel 14 gegen die Federkraft der Elastomerfeder 20 nach oben geschoben, wobei er den Stempel 18 und damit den Stift 19 mitnimmt. Die vertikale Aufwärtsbewegung des Stiftes 19 ist damit ein Maß für die Druckerhöhung im Aufschlußgefäß 13, 14. Diese Aufwärtsbewegung wird durch einen Meßwertaufnehmer 21 festgestellt, der gegebenenfalls über eine Verbindungsleitung mit einem Steuergerät 22 verbunden ist. Dieses Steuergerät dient unmittelbar der Heizungsregelung des Mikrowellenofens 23, in den die erfindungsgemäße Vorrichtung hineingestellt ist (Fig. 1).

Das Gefäß 13, der Deckel 14, das Mantelgefäß 10 und die Kappe 11 bestehen aus einem mikrowellendurchlässigen Stoff, insbesondere bestehen das Aufschlußgefäß 13 und der Deckel 14 aus Quarz, Teflon oder einem Kunststoff, wie Polyetherimid, z. B. Ultem 1000 oder Polysulfon mit einer Teflonauskleidung zum Schutz gegen aggressive Reagentien. Vorzugsweise wird das Aufschlußgefäß 13 auf einer Bodenplatte 24 abgestützt, die über einer Bodenöffnung des Mantelgefäßes 10 liegt und als Sollbruchstelle dient.

Wie aus Fig. 2 ersichtlich, besitzt das Gefäß 13 im oberen Randbereich radiale Durchgangsbohrungen 25, die als Entlastungsbohrungen mit dem freien Innenraum 26 des Außenbehälters 10, 11 in Verbindung stehen. Hierzu sind in den Außenmantel des Gefäßes 13 Ringnuten eingelassen. Die Kappe besitzt axiale Durchgangsbohrungen 27, so daß ein freier Austritt der aus den Entlastungsbohrungen 25 strömenden Gase nach

außen ermöglicht wird, sobald die Lippendichtung so weit nach oben geschoben ist, daß die Entlastungsbohrungen 25 freigegeben werden.

Die verschiedenen Arten der erfindungsgemäßen Wegüberwachungen sind im einzelnen in Fig. 3 bis 6 dargestellt.

So ist bei der Ausführungsform nach Fig. 3 der Stift 19 mit einem freien Ende 28a eines zweiarmigen Hebels 28 verbunden, der um einen Drehpunkt 29 schwenkbar ist. Dieser Drehpunkt 29 befindet sich am freien Ende eines Winkelarmes 30, dessen zweites Ende als Anschlag für eine flexible Hülle 32 eines Bowdenzugs 31 dient. Ein Ende des Bowdenzugs 31 ist mit dem zweiten freien Ende 28b des Hebels 28 derart verbunden, daß Bewegungen des Hebels 28 über den Bowdenzug 31 auf einen Kipphebel 33 übertragen werden, der je nach Stellung auf einen Schaltkontakt 34 drückt und diesen freigibt. Die Rückstellung des Bowdenzugs 31 wird durch eine Feder 31a gewährleistet.

In der Ausführungsform nach Fig. 3 führt eine Aufwärtsbewegung des Stiftes 19 zu einem Absenken des freien Hebelarms 28b, wodurch unter Vermittlung des Bowdenzugs 31 und der Feder 31a der Hebel 33 nach rechts geschwenkt wird und den Schaltkontakt 34 freigibt. Hierdurch wird gleichzeitig die Mikrowellenheizung abgeschaltet, d. h. einer weiteren Temperatur und Druckerhöhung im Aufschlußgefäß vorgebeugt.

Bei der Ausführungsform nach Fig. 4 wird die Bewegung des Stiftes 19 auf eine in einem Zylinder 35 geführte Schieberplatte 36 übertragen, welche mit einem Federbalg 37 in Verbindung steht. Der Federbalg 37 ist mit einer mikrowelleninerten Flüssigkeit 38 gefüllt, die über eine aus dem Mikrowellenofen geführte Leitung 39 in einen in einem weiteren Zylinder 40 angeordneten zweiten Federbalg 41 übertreten kann. Dieser Federbalg 41 wird durch eine zweite Schieberplatte 41a begrenzt, der über ein federbelastetes Kupplungsstück 42 mit einem einarmigen Hebel 43 verbunden ist. Wird nun der Stift 19 bei Druckerhöhung im Aufschlußgefäß nach oben geschoben, verringert sich das Innenvolumen des Federbalgs 37 unter Überführung der hydraulischen Flüssigkeit 38 in den zweiten Federbalg 41. Hierdurch bewegt sich die zweite Schieberplatte 41a nach rechts und schwenkt den Hebel 43 entsprechend zur Seite. Der Schaltkontakt 34 wird dabei freigegeben und die Mikrowellenheizung abgeschaltet.

Eine optische Wegüberwachung des Stiftes 19 nach Fig. 5 arbeitet mit einem Reflektor 44 am oberen Ende des Stiftes 19. Auf der Kappenoberseite ist ein Lichtleiter 45 befestigt, der außerhalb des Ofens geführt ist und dort einen Strahlteiler 46 aufweist. Über diesen Lichtleiter wird von einer LED 48 monochromatisches Licht in den Lichtleiter eingestrahlt, das bei Überschreiten eines bestimmten Druckes von dem Reflektor 44 zurückgeworfen und vom Strahlteiler 46 auf einen Empfänger, z. B. eine Photodiode 47 geworfen wird. Sobald der Empfänger 47 Lichtsignale aufnimmt, wird die Mikrowellenheizung abgeschaltet. In entsprechender Abwandlung des in Fig. 5 dargestellten Meßverfahrens kann ebenso gut auch ohne Lichtleiter gearbeitet werden und der Empfänger im Strahlenweg der vom Sender 48 ausgesandten Strahlung liegen. Dieser Strahlenweg kreuzt die Ebene, in der der Stift 19 auf- und abfahrbar ist, so daß ab Überschreiten eines Druckgrenzwertes die Strahlung unterbrochen wird. In diesem Falle löst ein fehlendes Empfangssignal die Abschaltung der Mikrowellenheizung aus.

Schließlich ist in Fig. 6 eine sehr vorteilhafte pneuma-

tische Wegüberwachung dargestellt. Hierbei ist der obere Teil des Stiftes 19 als Schieber 49 eines Ventils ausgebildet, dessen Gehäuse die zentrale Durchgangsbohrung in der Stirnwand der Kappe 11 darstellt, und das mit drei auf verschiedenen axialen Niveaus angebrachten radialen Durchgangsbohrungen 50–52 in der Stirnwand der Kappe 11 zusammenwirkt. Der Schieber 49 hat in einer Ringnut 57 eine nach außen führende Bohrung 56. Diese Ringnut liegt am unteren Rand des Arbeitsweges des Schiebers. Je nach Stellung des Schiebers 49 wird eine der Bohrungen 50–52 freigegeben, was zu einem Druckabfall in der an die Bohrung angeschlossenen pneumatischen Druckleitung eines außerhalb des Mikrowellenofens liegenden Druckwächters führt. Dort wird dieser Vorgang angezeigt oder es wird direkt ein Druckschalter 53 betätigt, der den Mikrowellenofen abschaltet oder seine Leistung drosselt. Der Druck in der Leitung wird über eine Drossel 54 von einer Membranpumpe 55 bereitgestellt.

Eine weitere sehr vorteilhafte pneumatische Wegüberwachung zeigt Fig. 7. Hierbei ist in die Stirnfläche der Kappe (11) eine Ringnut (58) eingefräst. Diese umfaßt die Durchgangsbohrung für den Stift (19). Sie ist vollständig bedeckt von einer Ventilplatte (59). Dichtmittel an der Ventilplatte (59) und/oder an der Stirnfläche der Kappe (11) sorgen dafür, daß die Ventilplatte (59) die Ringnut (58) vollständig gegenüber der umgebenden Atmosphäre und gegebenenfalls gegenüber dem Inneren des Mantelgefäßes (10) abdichtet, wenn Vakuum an die Ringnut angelegt wird.

Von der Ringnut (58) führt eine Bohrung zur Seitenwand der Kappe (11). Am Austritt der Bohrung ist eine Vakuumleitung (39) angeschlossen, die über einen Druckwächter (53) zu einer Vakuumpumpe (60) führt. Der Stift (19) ragt aus einer zentralen Bohrung der Ventilplatte (59). Er weist unter der Ventilplatte einen Anschlag auf. Beim Komprimieren der Elastomerefeder (20) stößt dieser Anschlag gegen die Ventilplatte, hebt diese an und löst einen Druckabfall in der Leitung (39) aus, der vom Druckwächter (53) erfaßt wird. Die Heizung wird dadurch abgeschaltet.

#### Bezugszeichenliste

- 10 topfartiges Mantelgefäß
- 11 Kappe
- 11a Innenstirnfläche
- 12 Gewindeverbindung
- 13 Innenbehälter
- 13a Wand des Innenbehälters
- 14 Deckel
- 14a Deckeloberseite
- 15 Zylinderansatz
- 16 Ringnut
- 17 Dichtung
- 18 Stempel
- 18a Stempeloberseite
- 19 Stift
- 20 ringförmige Elastomer-Feder
- 21 Meßwertaufnehmer
- 22 Steuergerät
- 23 Mikrowellenofen
- 24 Bodenplatte
- 25 Entlastungsbohrungen (radiale Bohrung)
- 26 freier Innenraum des Außenbehälters
- 27 axiale Bohrung in der Kappe
- 28 Hebel
- 28a, 28b Hebelarme

- 29 Drehpunkt
- 30 Winkelarm
- 31 Bowdenzug
- 31a Feder
- 32 flexible Hülle
- 33 Kipphebel
- 34 Schaltkontakt
- 35 Zylinder
- 36 Platte (Schieberplatte)
- 37 Federbalg
- 38 mikrowelleninerte Flüssigkeit
- 39 Leitung
- 40 Zylinder
- 41 zweiter Federbalg
- 41a zweite Schieberplatte
- 42 Kupplungsstück
- 43 Hebel (einarmig)
- 44 Reflektor
- 45 Lichtleiter
- 46 Strahlenteiler
- 47 Empfänger (Photodiode)
- 48 Sender (LED)
- 49 Schieberventil
- 50-52 Radial-Bohrungen
- 53 Druckschalter
- 54 Drossel
- 55 Membranpumpe
- 56 Ablassbohrung
- 57 Ringnut
- 58 zweite Ringnut
- 59 Ventilplatte
- 60 Vakuumpumpe

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Säureaufschluß einer Substanz für die Elementaranalyse unter kontrolliertem Druck in einem durch einen Mikrowellenofen erzeugten Mikrowellenfeld, bestehend aus einem druckfesten Außenbehälter mit einem topfartigen Mantelgefäß und einer Kappe, die miteinander über eine Außen/Innen-Eingriffsverbindung lösbar verbunden sind und einem Innenbehälter mit einer Öffnung und einem Deckel hierfür, der an seiner der Öffnung zugewandten Seite einen in die Öffnung passenden Zylinderansatz aufweist, der eine in einer Ringnut gelagerte Dichtung hat, die den Deckel gegen den Innenbehälter abdichtet, wobei auf der Deckeloberseite ein Stempel mit einem nach oben gerichteten, durch eine zentrale Durchgangsbohrung der Kappe geführten Stift ruht, zwischen der Innen-Stirnfläche der Kappe und der Stempeloberseite eine ringförmige Elastomer-Feder angeordnet ist und alle Teile aus mikrowellentransparentem Material bestehen, dadurch gekennzeichnet, daß ein mikrowellentransparenter Meßwertaufnehmer (21) einerseits mit einem aus der Kappe (11) des Mantelgefäßes (10) herausragenden Ende des Stiftes (19) in Wirkverbindung steht bzw. lösbar damit verbunden ist und andererseits mit einem außerhalb des Mikrowellenofens (23) angeordneten Druckanzeigegerät oder Steuergerät (22) für die Mikrowellenheizung verbunden ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen mechanisch, hydraulisch, pneumatisch oder optisch arbeitenden Meßwertaufnehmer (21).
3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet,

zeichnet, daß der mechanisch arbeitende Meßwertaufnehmer einen zweiarmigen Hebel (28) umfaßt, der an einem Ende (28a) mit dem Ende des Stiftes (19) und am anderen Ende (28b) über einen federbelasteten Bowdenzug (31) mit der Druckanzeige oder einem einen Schalter (34) betätigenden Kipphebel (33) verbunden ist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß beim hydraulisch arbeitenden Meßwertaufnehmer das Ende des Stiftes (19) auf eine kolbenartige Schieberplatte (36) wirkt, die in einem über dem Stifte angeordneten mit Hydraulikmedium gefüllten Zylinder (35) verschiebbar ist, wobei das Hydraulikmedium (38) über eine aus dem Mikrowellenofen herausführende hydraulische Leitung (39) eine Anzeige und/oder bei Überschreiten eines Schwellenwertes einen Schalter (34) betätigt.

5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Hydraulikflüssigkeit (38) innerhalb des Zylinders (35) in einem Federbalg eingeschlossen ist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Federbalg (37) über eine hydraulische Leitung (39) mit dem Innenraum eines weiteren Federbalges (41) verbunden ist, über dessen freies Ende (41a) ein Schalter (34), vorzugsweise über einen Kipphebel (43) betätigbar ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß beim pneumatisch arbeitenden Meßwertaufnehmer der in der Durchgangsbohrung der Kappe (11) geführte Teil des Stiftes (19) als Schieber (49) eines Schieberventils ausgebildet ist, dessen axiale Verschiebung allein durch den Druck im Innenbehälter (13) bewirkt wird, der auf einem bestimmten axialen Niveau radial mit einem bestimmten Druck einer Druckwächtervorrichtung beaufschlagt ist und der auf einem axialen Niveau unterhalb dem Niveau der radialen Druckbeaufschlagung eine nach außen führende Ablassbohrung (56) aufweist, welche die pneumatische Verbindung zum Druckwächter öffnet, wenn der Schieber (49) aufgrund des Druckes im Innenbehälter (13) mit seiner Ablassbohrung (56) das Niveau der Druckbeaufschlagung erreicht hat.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Stirnwand der Kappe (11) mindestens eine radiale Bohrung (50-52) aufweist, die vom Umfang der Kappe (11) zum Schieber (49) führt, die jeweils über eine Leitung mit einer außerhalb des Mikrowellenofens angeordneten Druckerzeugungsvorrichtung (55, 54) verbunden ist und die der radialen Druckbeaufschlagung des Schiebers (69) dient.

9. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß beim pneumatisch arbeitenden Meßwertaufnehmer die Kappe (11) des Mantelgefäßes (10) in ihrer Stirnfläche eine die Durchgangsbohrung für den Stift (19) umfassende Ringnut (58) aufweist, die mit einer Ventilplatte (59) bedeckt ist und über eine Leitung (39) mit einer Druckwächtervorrichtung und einer dahinter liegenden Vakuumpumpe (60) verbunden ist, und daß der Stift (19) des Stempels (18) einen Anschlag aufweist, mit dem der Stift (19) die Ventilplatte (59) anhebt, wenn die Elastomerfeder (20) um einen bestimmten Betrag komprimiert wird.

10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7, 8

oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Druckwächter einen Druckschalter (53) aufweist.

11. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß beim optischen Meßwertaufnehmer der aus der Kappe (11) ragende Teil des Stiftes (19) bei Überschreiten eines Grenzwertes den Strahlengang einer von einem optischen Sender (LED 48) kommenden Strahlung unterbricht, was von einem Empfänger (47) registrierbar ist.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die optische Strahlung in einem Lichtleiter (45) geführt wird.

13. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Stift (19) einen Reflektor (44) aufweist.

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß im Lichtleiter ein Strahlteiler (46) angeordnet ist, der für das vom Sender (48) kommende Licht transparent ist und das vom Reflektor (44) kommende Licht um Empfänger (47) ablenkt.

15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1–14, dadurch gekennzeichnet, daß der Deckel (14) mittels einer am unteren Rand des Zylinderansatzes (15) angebrachten Lippendichtung (17) gegen die vertikale Innenwand (13a) des Innengefäßes (13) abgedichtet ist.

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1–15, dadurch gekennzeichnet, daß nahe unterhalb des Öffnungsrandes des Innenbehälters (13) und oberhalb des Niveaus, wo die Lippendichtung (17) des Zylinderansatzes (15) im drucklosen Zustand an der Innenwand (13a) anliegt, mindestens zwei radiale Bohrungen (25) in der Seitenwand des Innenbehälters (13) angeordnet sind, die mit dem Raum (26) zwischen Kappe (11) und Deckel (14) in Verbindung stehen.

17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1–16, dadurch gekennzeichnet, daß die Stirnseite (11a) der Kappe (11) in der Nähe des Umfangs, dort wo die Elastomer-Feder (20) nicht hinreicht, axiale Bohrungen (27) aufweist.

18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1–17, dadurch gekennzeichnet, daß aus dem Innenbehälter (13) und dem Deckel (14) bestehende Aufschlußgefäß aus Quarz, Teflon oder einem Kunststoff hoher Wärmeformbeständigkeit mit Teflon-Innenauskleidung besteht.

19. Vorrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß der Kunststoff hoher Wärmeformbeständigkeit ein Polyätherimid oder Polysulfon mit einer höheren Wärmeformbeständigkeit als Polytetrafluoräthylen (Teflon) ist.

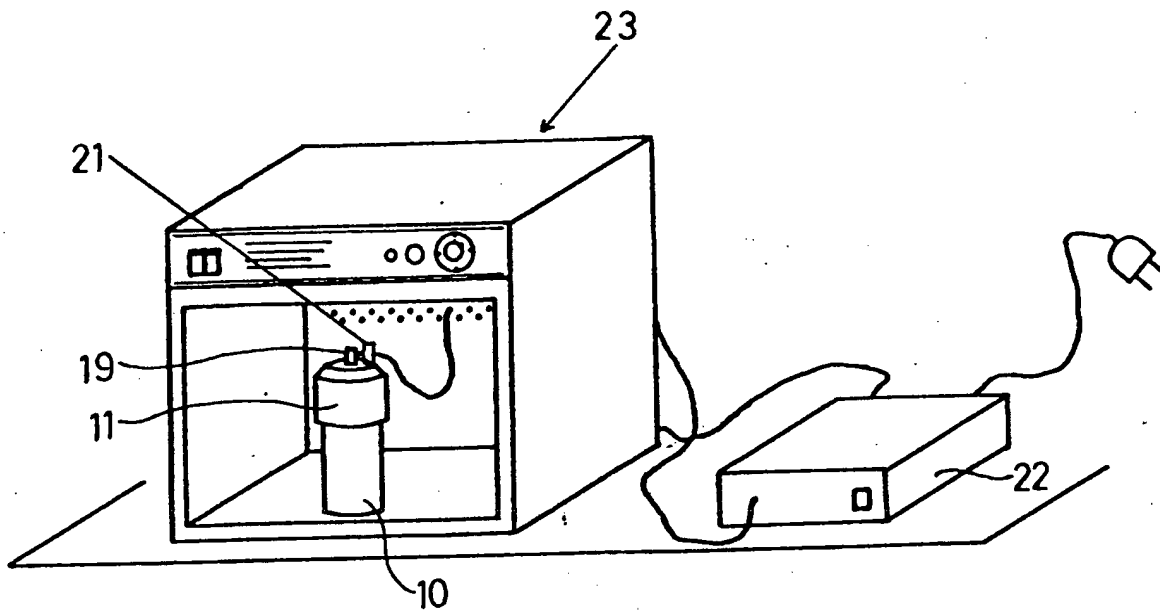
20. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Elastomer-Feder (20) im nicht komprimierten Zustand etwa 1,5–3mal, insbesondere zweimal so hoch ist wie der Zylinderansatz (15) des Deckels (14).

Nummer:  
Int. Cl.⁴:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

39 19 601  
G 01 N 31/00  
15. Juni 1989  
21. Dezember 1989

3919601

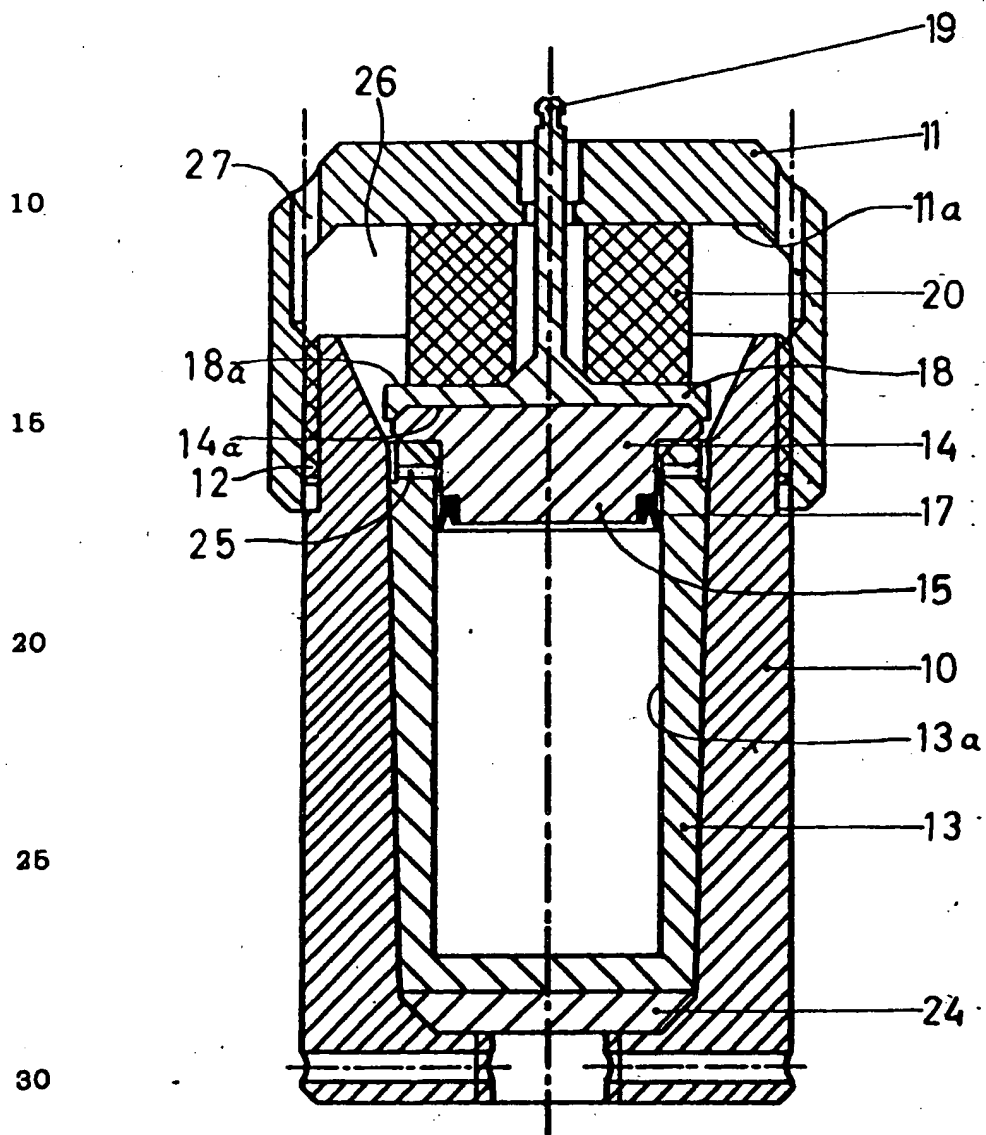
FIGUR 1





3919601

FIGUR 2



150689

28

3919601

FIGUR 3

1

5

10

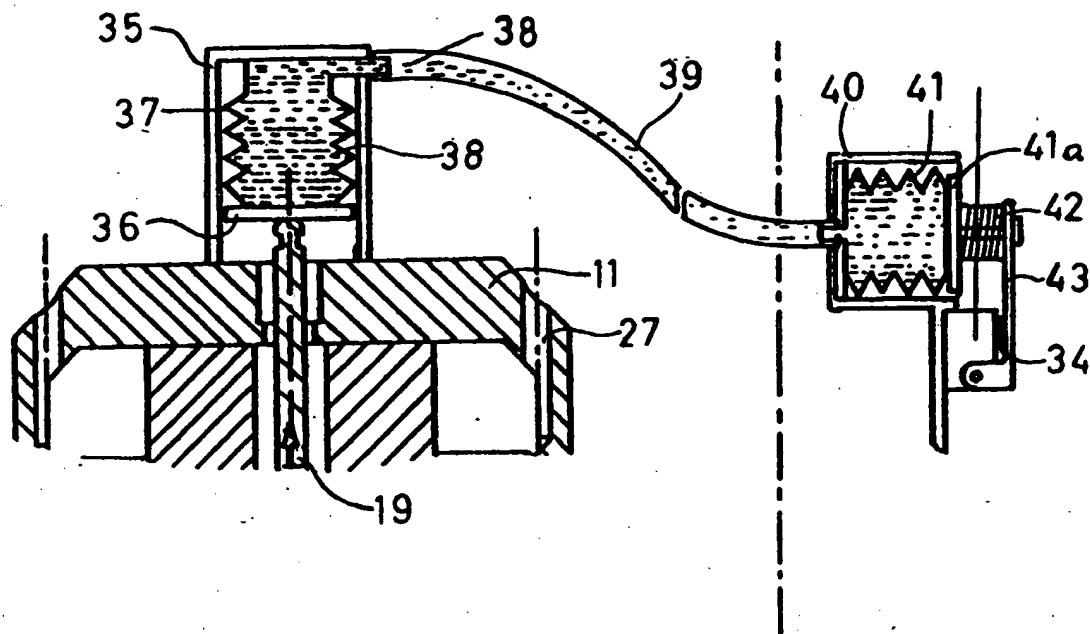
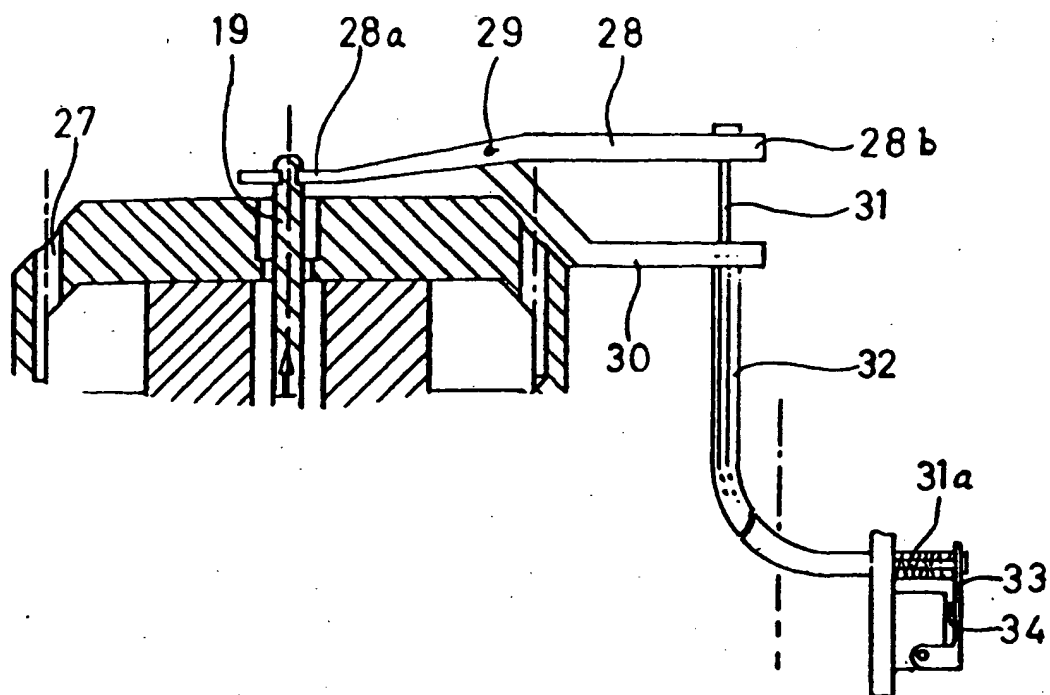
15

20

25

30

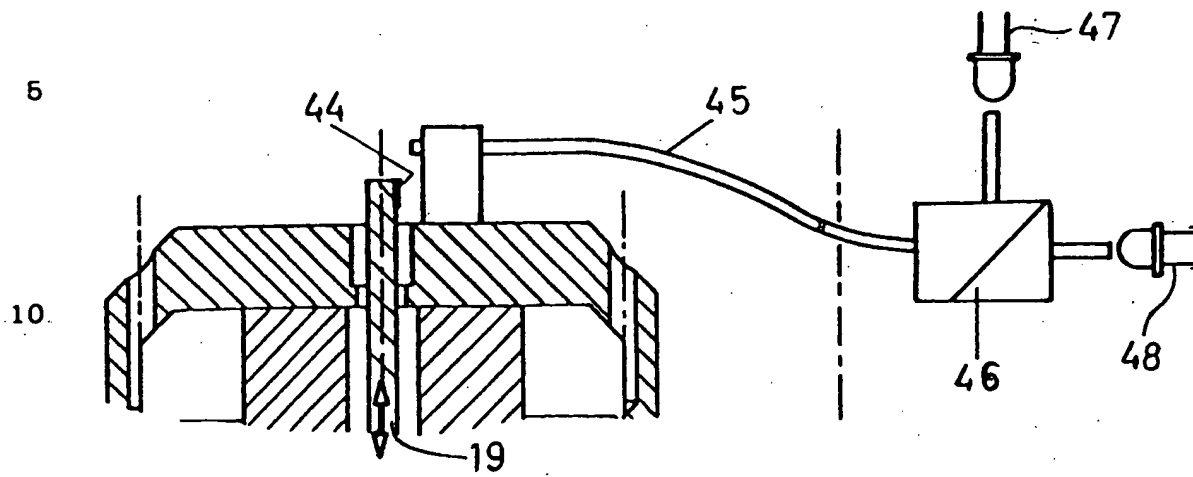
35



FIGUR 4

3919601

FIGUR 5



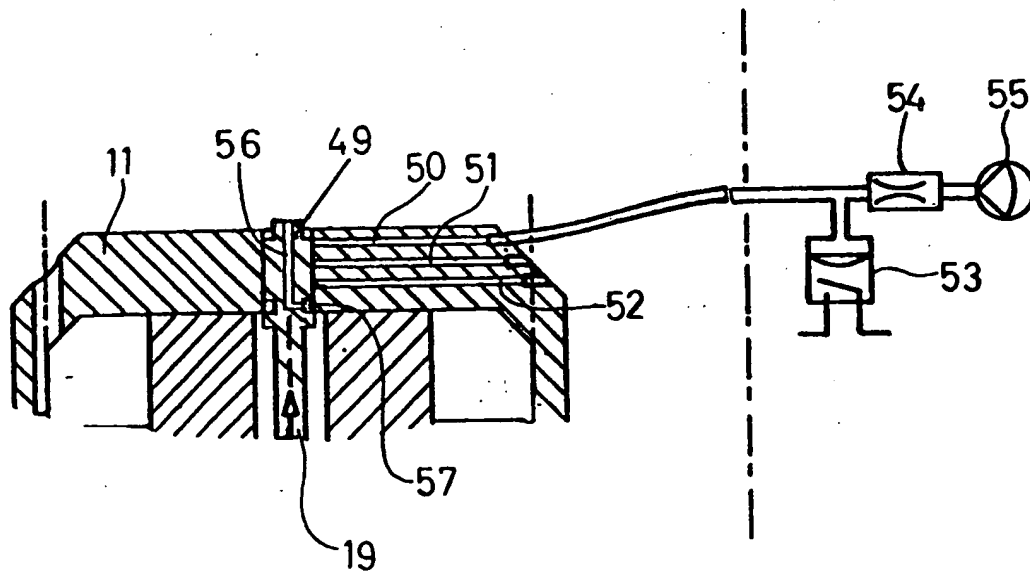
15

20

25

30

35



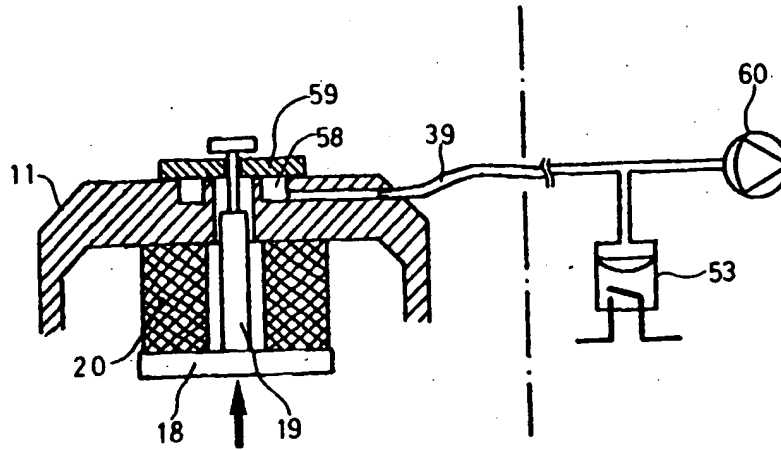
FIGUR 6

15.05.89

30\*

3919601

FIG. 7



DERWENT-ACC-NO: 1990-000902

DERWENT-WEEK: 199001

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Microwave acid dissociation vessel - made of  
specified material for controlled internal pressure

INVENTOR: P; SCHALK, A

PATENT-ASSIGNEE: PAAR A KG[PAARN] , PAAR KG ANTON[PAARN]

PRIORITY-DATA: 1988DE-3820439 (June 15, 1988) , 1989DE-3819601 (June  
15, 1989)  
, 1989DE-3919601 (June 15, 1989)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
PAGES MAIN-IPC		
DE 3919601 A	December 21, 1989	N/A
012 N/A		
DE 3919601 C	September 3, 1992	N/A
012 B01L 007/00		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
DE 3919601A	N/A	1989DE-3819601
June 15, 1989		
DE 3919601C	N/A	1989DE-3919601
June 15, 1989		

INT-CL (IPC): B01J003/03, B01L007/00 , G01L007/00 , G01L011/00 ,  
G01N001/28 , G01N022/00 , G01N031/00

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3919601A

BASIC-ABSTRACT:

The vessel for the acid dissociation of a substance for an elementary  
analysis  
in a microwave oven consists of a cup-shaped outer cylinder (10) with  
a cap  
(11), and an inner cylinder with a lid, all made of material which is  
permeable  
to microwaves such as quartz, PTFE or of polyetherimide or

polysulphone with a  
higher heat distortion temperature than PTFE. Any internal pressure  
rise  
compresses an elastomer ring spring and a transducer coupled to the  
pin (19)  
responds to this. This movement is also used to control the  
microwave input.  
ADVANTAGE - Appts. permits a pressure measurement without  
interference by the  
microwave field and protects the personnel from gas leakage.

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3919601C

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

An arrangement for treating a substance for the purpose of element  
analysis, in  
a microwave oven, under controlled pressure, includes a pressure  
tight outer  
container with a pot-type mantle vessel and a cap. A ring shaped  
elastomer  
spring is located between the inner face of the cap and the top of a  
stamper  
section located on the cap. A microwave transparent measurement  
probe is  
connected to a pin which extends through the cap. A pressure display  
unit is  
located outside the oven. ADVANTAGE - The arrangement is safe and  
reliable and  
pressure can be controlled and measured without being affected by the  
microwave  
field.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/7 Dwg.2/7

TITLE-TERMS: MICROWAVE ACID DISSOCIATE VESSEL MADE SPECIFIED MATERIAL  
CONTROL

INTERNAL PRESSURE

DERWENT-CLASS: A89 J04 S02 S03

CPI-CODES: A12-E13; A12-L04; J04-C;

EPI-CODES: S02-F04A; S02-F04X; S02-K04; S03-E05;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0004 0009 0016 0020 0031 0210 3000 0231 0947 1279 1285  
1309 2667  
2681 3258 2706 2743 2746

DERWENT-ACC-NO: 1990-000902

DERWENT-WEEK: 199001

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Microwave acid dissociation vessel - made of specified material for controlled internal pressure

INVENTOR: KETTISCH, P; SCHALK, A

PATENT-ASSIGNEE: PAAR A KG[PAARN] , PAAR KG ANTON[PAARN]

PRIORITY-DATA: 1988DE-3820439 (June 15, 1988) , 1989DE-3819601 (June 15, 1989) , 1989DE-3919601 (June 15, 1989)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 3919601 A	December 21, 1989	N/A	012	N/A
DE 3919601 C	September 3, 1992	N/A	012	B01L 007/00

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
DE 3919601A	N/A	1989DE-3819601	June 15, 1989
DE 3919601C	N/A	1989DE-3919601	June 15, 1989

INT-CL (IPC): B01J003/03, B01L007/00 , G01L007/00 , G01L011/00 , G01N001/28 , G01N022/00 , G01N031/00

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3919601A

BASIC-ABSTRACT:

The vessel for the acid dissociation of a substance for an elementary analysis in a microwave oven consists of a cup-shaped outer cylinder (10) with a cap (11), and an inner cylinder with a lid, all made of material which is permeable to microwaves such as quartz, PTFE or of polyetherimide or polysulphone with a higher heat distortion temperature than PTFE. Any internal pressure rise compresses an elastomer ring spring and a transducer coupled to the pin (19) responds to this. This movement is also used to control the microwave input.

ADVANTAGE - Appts. permits a pressure measurement without interference by the microwave field and protects the personnel from gas leakage.

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3919601C

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

An arrangement for treating a substance for the purpose of element analysis, in a microwave oven, under controlled pressure, includes a pressure tight outer container with a pot-type mantle vessel and a cap. A ring shaped elastomer spring is located between the inner face of the cap and the top of a stamper section located on the cap. A microwave transparent measurement probe is connected to a pin which extends through the cap. A pressure display unit is located outside the oven. ADVANTAGE - The arrangement is safe and reliable and pressure can be controlled and measured without being affected by the microwave field.